

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 03 OCT 2003	
WIPO	PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 39 274.9

Anmeldetag: 22. August 2002

Anmelder/Inhaber: Haarmann & Reimer GmbH,
Holzminden/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Menthol

IPC: C 07 C 29/17

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 11. September 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag


Stanschus

Verfahren zur Herstellung von Menthol

5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Menthol durch katalytische Hydrierung von Verbindungen, die das Kohlenstoffgerüst des Menthans mit wenigstens einer Doppelbindung besitzen und in 3-Stellung durch Sauerstoff substituiert sind und/oder katalytische Umlagerung von Stereoisomeren des Menthols in Gegenwart von Wasserstoff und dotierten Nickel-Katalysatoren.

10 Von den natürlich vorkommenden cyclischen Terpenalkoholen ist l-Menthol ein besonders wichtiger Vertreter. L-Menthol hat einen einzigartigen erfrischenden Geschmack, einen minzigen Geruch und eine stark wirkende Kühlung auf Haut und Schleimhaut. Es wird bei der Mundpflege, in kosmetischen und pharmazeutischen Präparaten, im Tabak und in Süßwaren verwendet.

15 Die 8 stereoisomeren Menthole (je zwei Enantiomere von Menthol, Neomenthol, Isomenthol und Neoisomenthol, siehe auch K. Bauer, D. Garbe und H. Surburg, Common Fragrance and Flavor Materials, 4th Ed., Wiley-VCH, Weinheim 2001, S.52-55) unterscheiden sich in Bezug auf ihre organoleptischen Eigenschaften. So hat
20 l-Menthol einen charakteristischen Pfefferminzgeruch und die schon erwähnte erfrischende Wirkung; es ist deshalb das wertvollste Menthol-Stereoisomer. Man ist daher bestrebt, die Hydrierung so zu führen, dass möglichst viel Menthol entsteht bzw. Stereoisomere des Menthols, wie sie beispielsweise bei der Thymol-Hydrierung anfallen, möglichst effektiv in Menthol umzulagern.

25 Die katalytische Hydrierung von Verbindungen, die das Kohlenstoffgerüst des Menthans mit wenigstens einer C=C-Doppelbindung besitzen und in 3-Stellung durch Sauerstoff substituiert sind und/oder die katalytische Umlagerung von Stereoisomeren des Menthols in Gegenwart von Wasserstoff führt zu racemischem
30 Menthol.

In Liebigs Annalen 1960, 637, 1 wird die Isomerisierung von hydriertem Thymol mittels Raney Nickel in Methanol bei 200°C bis 250°C beschrieben, wobei das Produktgemisch einen Gehalt an d,l-Menthol von 57,1 % aufweist.

- 5 In EP-A 563 611 und DE-A 197 18 116 wird Menthol durch katalytische Hydrierung und/oder katalytische Umlagerung in Gegenwart von Wasserstoff und Edelmetall-Katalysatoren hergestellt.

- 10 In DE-OS 2 314 813 wird d,l-Menthol unter Verwendung eines Co-Mn-Festbett-katalysators erhalten. In einem Vergleichsbeispiel wurde ein Gemisch, das im Wesentlichen aus Thymol und d-Neomenthol bestand, in Gegenwart von Raney-Nickel bei 210°C und 280 bar Wasserstoffdruck in d,l-Menthol überführt. Das Reaktionsprodukt enthielt 56,1 % Menthol, daneben auch 4,8 % Kohlenwasserstoffe.

- 15 Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten liefern die bislang bekannten katalytischen Hydrier- und/oder Umlagerungsverfahren das Menthol nur mit unbefriedigender chemischer Ausbeute oder Selektivität (z.B. zu geringer Menthol-Gehalt, Bildung von Kohlenwasserstoffen als unerwünschte Nebenprodukte), unzureichender Raum-Zeit-Ausbeute (z.B. lange Reaktionszeiten) und/oder benötigen teure Edelmetall-Katalysatoren.
- 20

- Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Menthol mittels katalytischer Hydrierung und/oder katalytischer Umlagerung zu finden, insbesondere unter wirtschaftlichen Aspekten und im industriellen Maßstab.
- 25

- Die vorliegende Erfindung betrifft daher ein Verfahren zur Herstellung von Menthol durch katalytische Hydrierung von Ausgangsmaterialien, die das Kohlenstoffgerüst des Menthans mit wenigstens einer Doppelbindung besitzen und in 3-Stellung durch Sauerstoff substituiert sind und/oder katalytische Umlagerung von Stereoisomeren des Menthols in Gegenwart von Wasserstoff, dadurch gekennzeichnet, dass die
- 30

Reaktion in Gegenwart eines mit Eisen und/oder Chrom dotierten Nickel-Katalysators und bei einer Temperatur im Bereich 80-230°C und Wasserstoffdrücken im Bereich 1-100 bar abs. durchgeführt wird.

- 5 Unter einem Nickel-Katalysator wird in der vorliegenden Erfindung ein Katalysator mit einem Nickelgehalt von mindestens 50 Gew.-%, bezogen auf den trockenen Katalysator, verstanden.

10 Als Ausgangsmaterialien eignen sich für die erfindungsgemäße Reaktion Verbindungen, die sich vom p-Menthan (4-Isopropyl-1-methyl-cyclohexan) ableiten und in 3-Position durch Sauerstoff substituiert sind, wie beispielsweise Menthon, Menthenon, Isomenthon, Neomenthol, Isomenthol, Neoisomenthol, Isopulegol, Neo-Isopulegol, Iso-Isopulegol, Neoiso-Isopulegol, Piperiton, Piperitol, Piperitenol oder Isopiperitenol. Diese Verbindungen können entantiomerenrein, enantiomerenan-

15 gereichert oder racemisch eingesetzt werden. Insbesondere auch Thymol, d-Menthol und l-Menthol können verwendet werden. Diese Verbindungen können sowohl einzeln als auch in beliebigen Gemischen als Ausgangsmaterial verwendet werden.

20 Für das erfindungsgemäße Verfahren kann der Katalysator im trockenen oder feuchten Zustand (Wassergehalt bis zu 60 Gew.-%) verwendet werden.

Die im Folgenden angegebenen Metallanteile beziehen sich auf das Gewicht des trockenen Katalysators.

25 Vorteilhafte Nickel-Katalysatoren im Sinne der Erfindung sind Eisen-dotierte bzw. Chrom-dotierte Nickel-Katalysatoren, deren Eisen- bzw. Chrom-Anteil am Katalysator bei jeweils 0,1-20 Gew.-%, bevorzugt bei 1-10 Gew.-% liegt.

30 Für das erfindungsgemäße Verfahren werden besonders bevorzugt Katalysatoren enthaltend Nickel, Eisen und Chrom verwendet, welche vorteilhafterweise folgende Gewichtsanteile aufweisen:

Fe: 0,1-20 Gew.-%, bevorzugt 1-10 Gew.-%;

Cr: 0,1-20 Gew.-%, bevorzugt 1-10 Gew.-%,

Ni: 60-95 Gew.-%, bevorzugt 80-93 Gew.-%,

5

sowie gegebenenfalls weitere Metalle wie beispielsweise Aluminium, Silicium, Magnesium oder Zink.

10

Erfindungsgemäß bevorzugt ist der Einsatz von Fe- und Cr-dotierten Raney-Nickel-Katalysatoren (Raney-Nickel-Eisen-Chrom). Besonders vorteilhaft sind dabei Katalysatoren enthaltend bzw. bestehend aus:

Fe: 0,1-20 Gew.-%, besonders bevorzugt 1-10 Gew.-%;

Cr: 0,1-20 Gew.-%, besonders bevorzugt 1-10 Gew.-%,

15

Ni: 60-95 Gew.-%, besonders bevorzugt 80-93 Gew.-%,

Al: 1-20 Gew.-%, besonders bevorzugt 3-10 Gew.-%.

20

Für das erfindungsgemäße Verfahren beträgt das Gewichtsverhältnis des eingesetzten trockenen Nickel-Katalysators zu Ausgangsmaterial 0,001 - 0,1 : 1, bevorzugt 0,005 - 0,05 : 1, besonders bevorzugt 0,01 - 0,03 : 1.

Das Verfahren wird erfindungsgemäß bei 80-230°C, bevorzugt bei 120-210°C insbesondere bevorzugt bei 150-190°C durchgeführt.

25

Das erfindungsgemäße Verfahren wird mit Wasserstoff durchgeführt, die Wasserstoffdrücke liegen üblicherweise im Bereich 1 bis 100 bar abs., bevorzugt ist eine Reaktionsführung bei Wasserstoffdrücken im Bereich 3 bis 50 bar abs., insbesondere im Bereich 5 bis 25 bar abs..

30

Die Reaktionszeit liegt üblicherweise im Bereich 1 bis 100 Stunden, bevorzugt im Bereich 10 bis 70 Stunden, besonders bevorzugt 20 bis 55 Stunden.

Das Verfahren kann kontinuierlich, semi-kontinuierlich und diskontinuierlich durchgeführt werden.

- 5 Die Tabelle 1 zeigt die Ergebnisse der Umsetzung (Reaktionsbedingungen: 20 bar Wasserstoffdruck, 175°C, kein Verdünnungsmittel, 1 Gew.-% trockener Katalysator, bezogen auf Thymol, Wassergehalt des Katalysators: 50 %) von Thymol an verschiedenen Nickel-Katalysatoren nach 4 Stunden.

10

Tabelle 1:

Katalysator	Thymol GC-%	Menthol GC-%	Isomenthol GC-%	Neomenthol GC-%	Neoisomenthol GC-%
Ra-Ni	42,1	1,9	12,4	4,1	19,7
Ra-Ni-Cr	19,3	11,8	22,8	13,1	21,5
Ra-Ni-Fe	30,8	4,3	37,7	7,4	14,5
Ra-Ni-Cr-Fe	0,1	27,3	38,5	18,5	11,6

Die restlichen GC-Prozente entfallen im Wesentlichen auf Menthon und Isomenthon. Die eingesetzten Katalysatoren hatten folgende Zusammensetzungen, die Angaben beziehen sich auf das Gewicht des trockenen Katalysators (Bezugsquelle: Degussa AG):

15

Ra-Ni-Fe: 82 % Nickel; 7 % Aluminium; 11 % Eisen

Ra-Ni-Cr: 88 % Nickel; 9 % Aluminium; 3 % Chrom

20

Ra-Ni-Cr-Fe: 90 % Nickel; 7 % Aluminium; 1 % Eisen; 2 % Chrom

25

Das erfindungsgemäße Verfahren kann unter Verwendung von Verdünnungsmitteln oder Verdünnungsmittelgemischen durchgeführt werden. Geeignet sind beispielsweise Alkohole, wässrige Alkohole, cyclische oder acyclische Ether und gesättigte cyclische oder acyclische Kohlenwasserstoffe. Üblicherweise können Verdünnungs-

mittel wie Methanol, Ethanol, Isopropanol, n-Propanol, Isobutanol, n-Butanol, sek.-Butanol, Tetrahydrofuran, Dibutylether, Ethylenglykoldimethylether, Pentan, Hexan, Heptan, Octan, Isooctan, Cyclopentan, Cyclohexan, Methylcyclohexan oder Cyclooctan verwendet werden.

5

Das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt im Wesentlichen verdünnungsmittelfrei durchgeführt. Hierunter wird ein Anteil von weniger als 5 Gew.-%, bevorzugt von weniger als 2 Gew.-%, an Verdünnungsmittel bezogen auf das Ausgangsmaterial verstanden.

10

Für das erfindungsgemäße Verfahren können zusätzlich basische Zusätze der Gruppe der Alkalihydroxide, der Erdalkalihydroxide, der Alkalialkoholate, der Erdalkaliakoholate und der Amine verwendet werden.

15

Bei den Alkalihydroxiden sind Natriumhydroxid und Kaliumhydroxid bevorzugt. Die Alkali- und Erdalkalihydroxide können in purum oder als wässrige oder alkoholische Lösung eingesetzt werden.

20

Die Alkoholate umfassen bevorzugt 1 bis 4 Kohlenstoffatome und sind vorzugsweise gewählt aus der Gruppe Methanolat, Ethanolat, Isopropanolat und tert.-Butanolat, besonders bevorzugt sind Methanolat und Ethanolat. Ganz besonders bevorzugte Alkalialkoholate sind Natrium-Methanolat und Natrium-Ethanolat.

25

Die Alkoholate können in purum oder in Alkohol gelöst eingesetzt werden, dabei bevorzugt in dem dem Alkoholat entsprechenden Alkohol. Der Anteil des Alkoholats in alkoholischer Lösung liegt üblicherweise im Bereich 10-70 Gew.-%, bevorzugt bei 15-50 Gew.-%.

30

Bei den Aminen sind Triethylamin, Tributylamin, Ethanolamin und Dimethylbenzylamin bevorzugt.

Für das erfindungsgemäße Verfahren beträgt das Gewichtsverhältnis des basischen Zusatzes (einzeln bzw. Summe der basischen Zusätze) zu Ausgangsmaterial üblicherweise 0,000001 - 0,1 : 1, bevorzugt 0,00001 - 0,05 : 1, insbesondere bevorzugt 0,001 - 0,02 : 1.

5

Das erfindungsgemäße Verfahren kann beispielsweise folgendermaßen durchgeführt werden:

10

In einem Druckbehälter werden Ausgangsmaterial, Nickel-Katalysator sowie gegebenenfalls Verdünnungsmittel und basischer Zusatz vorgelegt. Es erfolgt dann bei der gewählten Temperatur und dem gewählten Wasserstoffdruck die Hydrierung bzw. Umlagerung. Nach beendeter Reaktion wird das rohe Menthol durch Entfernen des Katalysators (z.B. durch Filtration, Dekantierung, Zentrifugierung) und gegebenenfalls durch Entfernen des basischen Zusatzes über Waschvorgänge, erhalten. Im Anschluss wird das rohe Menthol üblicherweise weiter aufgereinigt, beispielsweise durch Destillation oder Kristallisation.

15

20

25

Bei Einsatz von enantiomerenreinen bzw. enantiomerenangereicherten Ausgangsmaterialien in die Umlagerungsreaktion findet unter den Reaktionsbedingungen Racemisierung oder Teilracemisierung statt. Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgenden Hydrierungen, Racemisierungen sowie Isomerisierungen führen überraschenderweise in hohem Maße zur Bildung von Menthol unter Verwendung eines preiswerten Nickel-Katalysators, der nicht auf Edelmetallen basiert noch Edelmetall-Dotierungen benötigt. Insbesondere überraschend ist, dass mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ein weitestgehend Kohlenwasserstoff-freies Produkt (typischerweise <0,5 Gew.%) erhalten wird.

Insbesondere die milden Reaktionsbedingungen stellen im industriellen Maßstab eine wesentliche Verbesserung dar.

30

Folgende Beispiele erläutern die Erfindung:

Sofern nicht anders angegeben beziehen sich alle Angaben auf das Gewicht.

Beispiel 1: Herstellung von d,l-Menthol ex Thymol

In einem 5 l Rührautoklaven mit Begasungsrührer wurden 996 g Thymol (Reinheit: 99,8 %) und 20 g Raney-Nickel-Eisen-Chrom (Zusammensetzung des trockenen Katalysators: 92 % Nickel, 5 % Aluminium, 2 % Chrom, 1 % Eisen; Wassergehalt 50 %; Quelle: Degussa AG) vorgelegt. Es wurde 24 Stunden bei 175°C und 1 Stunde bei 100°C hydriert. Der Wasserstoffdruck lag bei 20 bar. Nach Filtration wurden 1028 g eines Menthol-Isomerengemisches folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 99,5 %) erhalten:

60,3 % Menthol
25,8 % Neomenthol
11,7 % Isomenthol
1,7 % Neoisomenthol

Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch konnte ohne organischen Rückstand bis 100°C Sumpftemperatur und 1 mbar destilliert werden.

Beispiel 2: Herstellung von Menthol ex Thymol

Die Reaktionsführung entsprach Beispiel 1, lediglich die Reaktionstemperatur wurde auf 165°C abgesenkt. Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch hatte folgende Zusammensetzung (Summe der Menthole 99,7 %):

60,6 % Menthol
26,3 % Neomenthol
11,3 % Isomenthol
1,5 % Neoisomenthol

Beispiel 3: Herstellung von Menthol ex Thymol

Die Reaktionsführung entsprach Beispiel 1, lediglich die Reaktionstemperatur wurde auf 185°C geändert. Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch hatte folgende Zusammensetzung (Summe der Menthole 97,7 %):

57,6 % Menthol

26,5 % Neomenthol

11,7 % Isomenthol

1,9 % Neoisomenthol

Beispiel 4: Herstellung von Menthol ex Menthon-Isomenthon-Gemisch

In einem 5 l Rührautoklaven mit Begasungsrührer wurden 996 g Menthon-Isomenthon-Gemisch (Reinheit: 99,9 %; Menthon-Gehalt 85,8 %, Isomenthon-Gehalt 14,2 %) und 20 g Raney-Nickel-Eisen-Chrom (Zusammensetzung: siehe Beispiel 1) vorgelegt. Es wurde 25 Stunden bei 165°C und 1 Stunde bei 100°C hydriert. Der Wasserstoffdruck lag bei 18 bar. Nach Filtration wurden 1003 g eines Menthol-Isomerengemisches mit folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 99,8 %) erhalten:

61,9 % Menthol,

25,5 % Neomenthol

11,1 % Isomenthol

1,3 % Neoisomenthol

Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch konnte ohne organischen Rückstand bis 100°C Sumpftemperatur und 1 mbar destilliert werden.

Beispiel 5: Herstellung von Menthol ex Menthol-Isomerengemisch

In einem 5 l Rührautoklaven mit Begasungsrührer wurden 992 g eines Menthol-Isomerengemisches folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 95,3 %):

5

9,2 % Menthol

81,9 % Neomenthol

0,1 % Isomenthol

4,1 % Neoisomenthol

10

und 20 g Raney-Nickel-Eisen-Chrom (Zusammensetzung: siehe Beispiel 1) vorgelegt. Es wurde 20 Stunden bei 175°C und 1 Stunde bei 100°C hydriert. Der Wasserstoffdruck lag bei 18 bar. Nach Filtration wurden 990 g eines Menthol-Isomerengemisches folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 94,2 %) erhalten:

15

56,8 % Menthol

25,0 % Neomenthol

10,8 % Isomenthol und

1,6 % Neoisomenthol

20

Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch konnte ohne organischen Rückstand bis 100°C Sumpftemperatur und 1 mbar Vakuum destilliert werden.

Beispiel 6: Herstellung von Menthol ex Isopulegol

25

In einem 5 l Rührautoklaven mit Begasungsrührer werden 993 g Isopulegol der Zusammensetzung (Summe der Isopulegole 97,6 %)

70,1% Isopulegol,

30

18,1% Neo-Isopulegol

6,8 % Iso-Isopulegol und

2,6 % Neoiso-Isopulegol

und 20 g Raney-Nickel-Eisen-Chrom (Zusammensetzung: siehe Beispiel 1) vorgelegt. Es wurde insgesamt 20 Stunden bei 175°C und 1 Stunde bei 100°C hydriert. Der
5 Wasserstoffdruck betrug 18 bar. Nach Filtration wurden 1019 g eines Menthol-Isomerengemisches folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 97,0 %) erhalten:

61,4 % Menthol

10 25,5 % Neomenthol

8,8 % Isomenthol

1,3 % Neoisomenthol

Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch konnte ohne organischen Rückstand bis
15 100°C Sumpftemperatur und 1 mbar destilliert werden.

Beispiel 7: Herstellung von d,l-Menthol ex d-Menthol

In einem 5 l Rührautoklaven mit Begasungsrührer wurden 985 g d-Menthol
20 (Reinheit: 99,9 %; d-Menthol >95 %, l-Menthol <5 %) und 20 g Raney-Nickel-Eisen-Chrom (Zusammensetzung: siehe Beispiel 1) vorgelegt. Die Reaktionsmischung wurde 50 Stunden bei 175°C und 2 Stunden bei 100°C bei einem Wasserstoffdruck von 18 bar gehalten. Nach Filtration wurden 976 g eines Menthol-Isomerengemisches folgender Zusammensetzung (Summe der Menthole 99,5 %) erhalten:
25

60,6 % d,l-Menthol (d-Menthol 49 %, l-Menthol 51 %)

25,8 % d,l-Neomenthol (d-Neomenthol 46 %, l-Neomenthol 54 %)

11,5 % d,l-Isomenthol (d-Isomenthol 46 %, l-Isomenthol 54 %)

30 1,6 % d,l-Neoisomenthol;

Das erhaltene Menthol-Isomerengemisch konnte ohne organischen Rückstand bis 100°C Sumpftemperatur und 1 mbar Vakuum destilliert werden.

Die Zusammensetzung wurde mittels GC bestimmt. GC-Säule für die Enantiomeren-
5 Trennung des Menthol-Isomerengemisches: Permethyliertes- β -Cyclodextrin von J&W; Bedingungen: Trägergas: Helium, 1 bar; TemperaturProgramm: 80 - 180°C, Heizrate 2°C/min.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Menthol durch katalytische Hydrierung von Ausgangsmaterialien, die das Kohlenstoffgerüst des Menthans mit wenigstens einer Doppelbindung besitzen und in 3-Stellung durch Sauerstoff substituiert sind und/oder katalytische Umlagerung von Stereoisomeren des Menthols in Gegenwart von Wasserstoff, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion in Gegenwart eines mit Eisen und/oder Chrom dotierten Nickel-Katalysators und bei einer Temperatur im Bereich 80-230°C und Wasserstoffdrücken im Bereich 1-100 bar abs. durchgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Eisen- bzw. Chrom-dotierten Nickel-Katalysatoren einen Eisen- bzw. Chromgehalt von 0,1-20 Gew.-%, bezogen auf den trockenen Katalysator, aufweisen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Nickel-Katalysator im trockenen Zustand einen Eisenanteil von 0,1-20 Gew.-%, einen Chromanteil von 0,1-20 Gew.-%, einen Nickelanteil von 60-95 Gew.-% und einen Aluminiumanteil von 1-20 Gew.-% aufweist.
4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Nickel-Katalysator im trockenen Zustand einen Eisenanteil von 0,1-10 Gew.-%, einen Chromanteil von 0,1-10 Gew.-%, einen Nickelanteil von 80-93 Gew.-% und einen Aluminiumanteil von 3-10 Gew.-% aufweist.
5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren im Wesentlichen verdünnungsmittelfrei durchgeführt wird.

6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewichtsverhältnis des trockenen Nickel-Katalysators zu Ausgangsmaterialien im Bereich 0,001 - 0,1 : 1 liegt.
- 5 7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionstemperatur zwischen 120 und 210°C liegt.
8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Wasserstoffdruck bei 3 bis 50 bar abs. liegt.

Verfahren zur Herstellung von Menthol

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Menthol durch katalytische Hydrierung von Verbindungen, die das Kohlenstoffgerüst des Menthans mit wenigstens einer Doppelbindung besitzen und in 3-Stellung durch Sauerstoff substituiert sind und/oder katalytische Umlagerung von Stereoisomeren des Menthols in Gegenwart von Wasserstoff und dotierten Nickel-Katalysatoren.